

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2003-194741
(P2003-194741A)

(43) 公開日 平成15年7月9日 (2003.7.9)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
G 0 1 N	23/207	G 0 1 N	23/207
G 0 1 T	1/29	G 0 1 T	1/29
G 2 1 K	1/06	G 2 1 K	1/06
	5/02		5/02

審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2001-398503(P2001-398503)

(22) 出願日 平成13年12月27日 (2001.12.27)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 青山 拓

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100066980

弁理士 森 哲也 (外2名)

Fターム(参考) 2G001 AA01 BA18 CA01 DA07 DA09

DA10 GA13 JA01 JA06 JA08

PA12

2G088 EE30 FF03 GG00 GG19 GG21

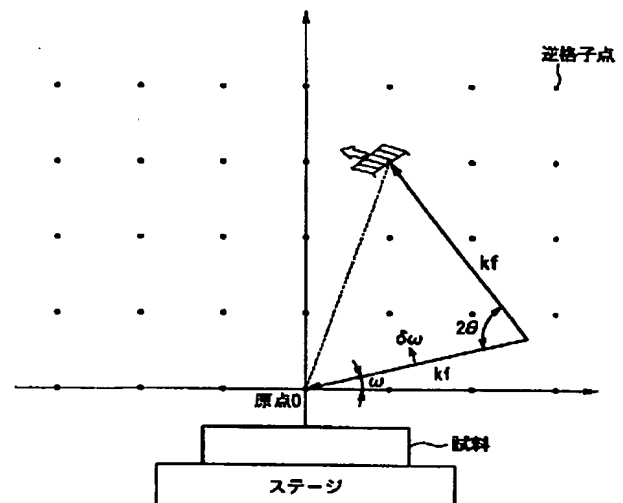
JJ04 JJ05 JJ22 JJ23 JJ25

(54) 【発明の名称】 X線回折装置、反射X線測定方法および逆格子空間マップ作成方法

(57) 【要約】

【課題】 結晶性材料、特に薄膜結晶材料の結晶性評価を迅速かつ効率的に行うこと。

【解決手段】 XRD 1は、所定パターンに配列された複数の受光素子からなる検出器51を備えるため、逆格子空間マップを高速に作成することができる。また、検出器51を受光素子の配列された間隔未満の距離だけ移動させて、複数回走査することにより、走査における分解能を高めることができる。また、検出器51とステージ40との距離を変化させることにより、同時検出幅の分解能を調整することができる。さらに、検出器51の受光軸に対する角度を変化させることによっても、同時検出幅の分解能を調整することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 試料を設置するステージと、所定の照射軸方向に X 線を照射可能であり、該照射軸を前記ステージに向けて設置された照射部と、所定の受光軸方向からの反射 X 線を受光可能であり、該受光軸を前記ステージに向けて設置された受光部とを備え、前記照射軸の前記ステージに対する角度と、前記受光軸の前記ステージに対する角度とを独立に調整可能な X 線回折装置であって、

前記受光部は、所定パターンに配列された複数の受光素子からなる検出器を備えることを特徴とする X 線回折装置。

【請求項 2】 前記検出器を前記受光軸方向に連続的に移動可能であることを特徴とする請求項 1 記載の X 線回折装置。

【請求項 3】 前記検出器は、前記受光軸に対する設置角度を連続的に変化させることが可能であることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の X 線回折装置。

【請求項 4】 前記複数の受光素子は、所定間隔で 1 列に配列されたことを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の X 線回折装置。

【請求項 5】 前記複数の受光素子は、所定間隔で 1 列に配列された受光素子が複数列に配列されていることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の X 線回折装置。

【請求項 6】 前記複数列を構成する各列は、前記所定間隔より小さい距離だけ隣接する他の列とずらして配列されていることを特徴とする請求項 5 記載の X 線回折装置。

【請求項 7】 前記ステージは、前記試料を設置する設置面の向きを調整可能であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の X 線回折装置。

【請求項 8】 前記ステージは、前記試料を設置する設置面内における回転角度位置を調整可能であることを特徴とする請求項 1～7 のいずれかに記載の X 線回折装置。

【請求項 9】 前記照射部は、前記 X 線として、白色光を照射可能であることを特徴とする請求項 1～8 のいずれかに記載の X 線回折装置。

【請求項 10】 試料を設置するステージと、所定の照射軸方向に X 線を照射可能であり、該照射軸を前記ステージに向けて設置された照射部と、所定の受光軸方向からの反射 X 線を受光可能であり、該受光軸を前記ステージに向けて設置された受光部とを備え、前記照射軸の前記ステージに対する角度と、前記受光軸の前記ステージに対する角度とを独立に調整可能であり、所定パターンに配列された複数の受光素子からなる検出器を前記受光部に備える X 線回折装置を用いて、

前記複数の受光素子それぞれの検出信号に基づいて、所定範囲の空間全体について、一回の測定処理で反射 X 線

の測定を行うことを特徴とする反射 X 線測定方法。

【請求項 11】 前記検出器を前記受光軸方向に移動することにより、反射 X 線測定における分解能を任意に調整することを特徴とする請求項 10 記載の反射 X 線測定方法。

【請求項 12】 前記検出器の前記受光軸に対する設置角度を変化させることにより、反射 X 線測定における分解能を任意に調整することを特徴とする請求項 10 または 11 記載の反射 X 線測定方法。

【請求項 13】 前記照射部の照射軸と、前記受光部の受光軸とがなす角を保ちつつ、前記照射軸の前記ステージに対する角度を変化させる動作により、所定範囲の空間全体について、一回の測定処理で反射 X 線の測定を行うことを特徴とする請求項 10～12 のいずれかに記載の反射 X 線測定方法。

【請求項 14】 前記複数の受光素子は、所定間隔で配列され、前記検出器を該所定間隔より小さい移動量だけ移動して反射 X 線を測定することにより、任意の分解能で反射 X 線測定を行うことを特徴とする請求項 10～13 のいずれかに記載の反射 X 線測定方法。

【請求項 15】 請求項 1～9 のいずれかに記載の X 線回折装置を用いた逆格子空間マップ作成方法。

【請求項 16】 請求項 1～9 のいずれかに記載の X 線回折装置を用いて、試料に対し、In-Plane 測定を行うことにより、試料に含まれる結晶の面内回転角度分布と、入射 X 線の波数ベクトルと反射 X 線の波数ベクトルとのなす角とに基づく特性を取得することを特徴とする逆格子空間マップ作成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、結晶材料の結晶性評価を行うための X 線回折装置、反射 X 線測定方法および逆格子空間マップ作成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、結晶材料の結晶構造を評価するために、X 線回折を利用した XRD (X-ray diffractometer) が利用されている。XRD は、試料に X 線を照射し、結晶面からの Bragg 反射による反射 X 線を測定することにより、結晶材料の結晶性評価を行う装置である。以下、XRD を利用して結晶材料を評価する方法について具体的に説明する。

【0003】 結晶は、3 次元的に原子が整然と配列された構造を有するものである。そして、この原子の配列構造は、一定の単位構造 (単位格子) の繰り返しによって構成されている。単位格子は、格子点を作る平行 6 面体であり、単位格子中の互いに平行でない 3 つの辺の長さ a 、 b 、 c と、それらの辺が互いになす角 α 、 β 、 γ とによって単位格子の構造が決定付けられる。そして、単位格子の構造から結晶面 (結晶面の向きあるいは間隔) が特定される。即ち、結晶面を解析することによって、

結晶構造の評価が可能となる。

【0004】図9は、単位格子の構造の一例である平行6面体ABCD-EFGHを示す図である。図9において、平行6面体ABCD-EFGHの頂点A~Hは、格子点であり、頂点A~Hのうち、同一線上にない3点を任意に選ぶことにより、所定の結晶面が特定される。即ち、平行6面体ABCD-EFGHを単位格子とする結晶構造には、複数の結晶面が含まれており、これらの各結晶面が、入射X線をBragg反射するものである。

【0005】したがって、XRDを利用した結晶材料の評価においては、試料に種々の角度からX線を照射し、Braggの反射条件を満たす反射X線を検出する。そして、検出した反射X線の分布特性に基づいて結晶面を特定し、さらには評価対象である結晶材料の結晶構造を評価する。ここで、一般に、結晶構造の評価を容易に行うために用いられる逆格子空間の概念を導入する。

【0006】実空間において、試料の結晶面間隔を d 、対象とする結晶面に対するX線の入射角を θ 、波長を λ とすると、入射X線がBragg反射する条件は、 $2d \sin \theta = n\lambda$ (n は任意の整数)である。このとき、XRDによって検出される波数 $1/\lambda$ に次元を合わせて上式を変形すると、 $2(1/\lambda) \sin \theta = n(1/d)$ となる。ここで、波数 $1/\lambda = k$ 、 $1/d = q$ とおくと、 $2k \sin \theta = nq$ と書ける。なお、結晶面間隔とX線の波長のスケールから、ここでは $n=1$ としてよい。即ち、 $q = 2k \sin \theta$ なる式が導かれる。

【0007】この式は、波数の次元をもった座標系におけるBraggの反射条件を表す式であり、このような座標空間は逆格子空間と呼ばれる。次に、逆格子空間において、入射X線の波数ベクトル、 k_i および反射X線の波数ベクトル、 k_f を2辺とする三角形OLMを想定する。なお、 $|\text{ベクトル } k_i| = |\text{ベクトル } k_f| = k$ である。図10は、三角形OLMを示す図である。

【0008】三角形OLMにおいて、ベクトル k_i およびベクトル k_f は頂点Lを始点とし、それらが挟む角である $\angle OLM = 2\theta$ である。このとき、ベクトル k_i の終点(頂点O)とベクトル k_f の終点(頂点M)とを結ぶ辺の長さは、 $2k \sin \theta = q$ となり、頂点Oを原点とすると頂点Mは、逆格子空間におけるBraggの反射条件を充足する点(逆格子点)を示している。また、 θ は、先に述べたとおり、実空間における入射X線の対象とする結晶面に対する入射角を示している。逆格子空間内に分布する逆格子点群のうち、特定の格子点に着目しその近傍のエリアを拡大表示した平面図を逆格子空間マップと呼ぶ。

【0009】このような逆格子空間の概念を導入することで、XRDによって結晶材料を評価する場合、X線の入射方向を種々変化させ、Bragg反射光を測定することにより、逆格子空間における逆格子点を検出し、その分布特性(逆格子空間マップ)から結晶材料の結晶構造を

容易に評価することが可能となる。次に、実際の結晶材料における逆格子点の並びについて述べる。これは理想的な完全周期構造からのずれによるものである。評価対象である結晶材料には、試料自体が有する結晶面間隔あるいは結晶面方位のばらつきが存在する。逆格子空間マップにおいては、結晶面間隔のばらつきによって、逆格子空間の原点との距離方向に逆格子点の並びを生じ、結晶面方向のばらつきによって、逆格子空間の原点を中心とする回転方向に並びを生ずる。

【0010】なお、結晶材料には、単結晶材料、多結晶材料、あるいは基板上的エピタキシャル膜のような中間的な結晶構造を有するもの等、種々のものがある。そして、多結晶材料のように結晶材料中に複数の結晶粒が一樣に混在している試料については、逆格子空間マップにおいて、それぞれの結晶粒の逆格子点が連続して環状に分布することとなる。この環状の逆格子点の分布をデバイ環と呼ぶ。一方、理想的な単結晶のように、周期構造が整然と存在している試料については、逆格子空間マップにおいて、逆格子点は、離散的な点状に分布することとなる。

【0011】ここで、結晶材料の結晶構造評価に用いられる従来のXRDについて説明する。図11は、従来のXRD100の構成を示す概略図である。図11において、XRD100は、本体110と、X線照射部120を先端に備える入射X線アーム130と、試料を設置するステージ140と、試料に反射したX線を受光する受光部150を先端に備える反射X線アーム160とを含んで構成される。

【0012】XRD100において、入射X線アーム130は、本体110に回動可能に設置される。そして、入射X線アーム130が所定平面内で回動することにより、ステージ140に設置された試料に対し、X線照射部120から発射されたX線を任意の角度から照射可能である。また、反射X線アーム160も、本体110に回動可能に設置される。そして、反射X線アーム160が回動し、受光部150の位置を変化させることにより、試料に反射したX線の種々の位置におけるBragg反射光を測定可能である。

【0013】したがって、入射X線アーム130と反射X線アーム160の位置を種々変化させて走査することにより、試料の結晶構造を調べることができる。なお、XRD100は、評価対象の試料の種類によって、やや異なる構成であり、多結晶材料を評価するためのXRD100は、入射X線アーム130のステージ140に対する角度(試料に対するX線の入射角)を θ とすると、受光部150が試料から θ の反射角で反射するX線を常に捕らえるように反射X線アーム160も変化する。即ち、多結晶材料を評価するためのXRD100は、逆格子空間において、ステージ140面の法線方向に平行な直線に沿って逆格子点の分布を測定することとなる。

【0014】一方、基板上に形成された薄膜結晶材料のように配向や格子の歪みを有する試料を評価するためのXRD100は、逆格子空間における広範な逆格子点の分布を調べる必要があることから、上述の構成に加え、入射X線アーム130と反射X線アーム160とは、それぞれ独立に位置を変えることができ、また、ステージ140が本体110に対する姿勢を変化させることが可能に構成される。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、薄膜結晶材料の配向や格子歪みを評価するための従来のXRDにおいて、受光部には、1つの受光素子が備えられるのみであったため、逆格子空間マップを得るためには、その1つの受光素子で、逆格子点近傍を逐次走査する必要があった。即ち、逆格子空間マップを作成するために、膨大な時間を費やすこととなっていた。

【0016】ここで、多結晶材料を評価するための従来のXRDにおいて、受光部に、複数の受光素子を1列に並べたセンサを備えたものが知られている。しかし、このXRDは、多結晶材料の結晶化度の評価のみを想定したものであるため、上述のようにアームやステージの動きが制限されており、逆格子空間における広範な逆格子点の分布を調べることができないものであった。また、薄膜結晶材料の配向や格子歪み分布を評価する場合、1つの格子点近傍を拡大して、より精密な逆格子空間マップを作成する必要があることから、多結晶材料の評価を行う場合に比べ、測定精度（分解能）を適切に調整することが重要となる。

【0017】本発明の課題は、結晶性材料、特に薄膜結晶材料特有の配向や格子歪みといった結晶性の評価を迅速かつ効率的に行うことである。

【0018】

【課題を解決するための手段】本発明は、試料を設置するステージ（例えば、図1のステージ40）と、所定の照射軸方向にX線を照射可能であり、該照射軸を前記ステージに向けて設置された照射部（例えば、図1のX線照射部20および入射X線アーム30）と、所定の受光軸方向からの反射X線を受光可能であり、該受光軸を前記ステージに向けて設置された受光部（例えば、図1の受光部50および反射X線アーム60）とを備え、前記照射軸の前記ステージに対する角度と、前記受光軸の前記ステージに対する角度とを独立に調整可能なX線回折装置であって、前記受光部は、所定パターンに配列された複数の受光素子からなる検出器（例えば、図1の検出器51）を備えることを特徴としている。

【0019】また、前記検出器を前記受光軸方向に連続的に移動可能であることを特徴としている。また、前記検出器は、前記受光軸に対する設置角度を連続的に変化させることが可能であることを特徴としている。また、前記複数の受光素子は、所定間隔で1列に配列されたこ

とを特徴としている。

【0020】また、前記複数の受光素子は、所定間隔で1列に配列された受光素子が複数列に配列されていることを特徴としている。また、前記複数列を構成する各列は、前記所定間隔より小さい距離だけ隣接する他の列とずらして配列されていることを特徴としている。前記ステージは、前記試料を設置する設置面の向き（おおり角）を調整可能であることを特徴としている。

【0021】前記ステージは、前記試料を設置する設置面内における回転角度位置を調整可能であることを特徴としている。前記照射部は、前記X線として、白色光を照射可能であることを特徴としている。試料を設置するステージと、所定の照射軸方向にX線を照射可能であり、該照射軸を前記ステージに向けて設置された照射部と、所定の受光軸方向からの反射X線を受光可能であり、該受光軸を前記ステージに向けて設置された受光部とを備え、前記照射軸の前記ステージに対する角度と、前記受光軸の前記ステージに対する角度とを独立に調整可能であり、所定パターンに配列された複数の受光素子からなる検出器を前記受光部に備えるX線回折装置を用いて、前記複数の受光素子それぞれの検出信号に基づいて、所定範囲の空間全体について、一回の測定処理で反射X線の測定を行うことを特徴としている。

【0022】前記検出器を前記受光軸方向に移動することにより、反射X線測定における分解能を任意に調整することを特徴としている。前記検出器の前記受光軸に対する設置角度を変化させることにより、反射X線測定における分解能を任意に調整することを特徴としている。前記照射部の照射軸と、前記受光部の受光軸とがなす角（例えば、図3の $2\pi - 2\theta$ ）を保ちつつ、前記照射軸の前記ステージに対する角度を変化させる動作により、所定範囲の空間全体について、一回の測定処理で反射X線の測定を行うことを特徴としている。

【0023】前記複数の受光素子は、所定間隔で配列され、前記検出器を該所定間隔より小さい移動量だけ移動して反射X線を測定することにより、任意の分解能で反射X線測定を行うことを特徴としている。前記X線回折装置を用いた逆格子空間マップ作成方法である。前記X線回折装置を用いて、試料に対し、In-Plane測定を行うことにより、試料に含まれる結晶の面内回転角度と、入射X線の波数ベクトルと反射X線の波数ベクトルとのなす角とに基づく特性（例えば、図8の $\phi - 2\theta$ 特性）を取得することを特徴としている。

【0024】本発明によれば、所定パターンに配列された複数の受光素子からなる検出器を備えるため、逆格子空間マップを高速に作成することができる。また、検出器を受光素子の配列された間隔未満の距離だけ移動させて、複数回走査することにより、走査における分解能を高めることができる。また、検出器とステージとの距離を連続的に変化させる機構を持たせることにより、走査

10

20

30

40

50

における分解能を任意に調整することができる。さらに、検出器の受光軸に対する設置角度を連続的に変化させる機構を持たせることによっても、走査における分解能を任意に調整することができる。

【0025】さらに、本発明によって、In-Plane測定を高速に行うことも可能である。また、X線源として白色光源を用いることにより、検出器の走査可能な範囲のロッギングカーブ測定（結晶のBragg反射光が測定される方位付近における反射X線強度の分布特性の測定）を極めて短時間に行うことができる。

【0026】

【発明の実施の形態】以下、図を参照して本発明に係るXRDの実施の形態を詳細に説明する。まず、構成を説明する。図1は、本実施の形態に係るXRD1の構成を示す概略図である。図1において、XRD1は、本体10と、X線照射部20を備える入射X線アーム30と、試料を設置するステージ40と、試料に反射したX線を受光する受光部50を備える反射X線アーム60とを含んで構成される。

【0027】図1において、本体10は、XRD1全体を制御する制御部や、測定データを出力するインターフェース等を含んで構成される。X線照射部20は、X線が発生し、発生したX線を所定の照射軸方向に照射する。なお、X線照射部20は、照射軸をステージ40に向けて入射X線アーム30に設置されており、後述のように、入射X線アーム30が回転しても、常にX線照射部20の照射軸はステージ40を向くものである。

【0028】入射X線アーム30は、本体10に回転可能に設置され、ステージ40に対する角度位置を変化させることが可能である。また、入射X線アーム30は、先端にX線照射部20を備えている。即ち、入射X線アーム30を回転させることにより、X線照射部20の照射軸のステージ40に対する入射角を調節可能である。ステージ40は、評価対象である試料を所定の試料設置位置に固定して設置可能であり、本体10に対する姿勢（あおり角）を所定範囲で自在に変化させることが可能である。即ち、ステージ40は、基準となる姿勢から、試料を設置する面（設置面）の法線方向を図1における上下左右に調整可能な機構を備えている。また、ステージ40は、設置面内方向に回転することおよび基準となる姿勢における設置面の高さを調整することが可能である。

【0029】なお、ステージ40に設置する試料は、基板面にほぼ平行に形成された薄膜結晶材料等であり、試料表面とステージ40の設置面とがほぼ平行となるように設置される。受光部50は、複数の受光素子が所定パターン（例えば、1列あるいはマトリクス状等）に配列された検出器51を備えており、所定の受光軸方向から入射したX線が検出器51で検出される。なお、受光部50は、X線照射部20と同様に、常に受光軸がステー

ジ40を向くものである。

【0030】ここで、検出器51についてさらに説明する。検出器51は、X線を受光することにより、検出信号を出力可能な受光素子を複数備えている。そして、これら複数の受光素子は、所定パターンで配列されている。図2は、検出器51の受光素子が配列されるパターンの例を示す図である。図2において、検出器51の受光素子は、例えば、（a）直線上に所定間隔で1列に配列される場合、（b）円弧上等、曲線上に配列される場合、あるいは、（c）複数列に配列される場合等が可能である。

【0031】また、これら隣り合う受光素子の間隔は、X線検出における分解能を決定付ける要素となる。したがって、受光素子を複数列に配列する場合、隣り合う列について、受光素子の間隔未満の距離だけずらして配列することで、分解能を高める効果が得られる。また、反射X線の測定処理を行う場合、1回の測定処理の後、受光素子の間隔未満の距離だけ検出器51をずらし、さらに測定処理を行うことによって、分解能を高めることと同様の効果を得ることができる。

【0032】さらに、検出器51は、受光軸に対する設置角度を変化させることが可能であり、これによって試料（ステージ40）から見た受光素子の密度が変化し、分解能を高めることと同様の効果を得ることができる。反射X線アーム60は、本体10に回転可能に設置され、ステージ40に対する角度位置を変化させることが可能である。なお、反射X線アーム60の回転軸は、入射X線アーム30の回転軸と共通である。

【0033】また、反射X線アーム60は、受光部50を回転の半径方向の任意の位置に移動可能に備えている。即ち、反射X線アーム60を回転させることにより、受光部50の受光軸のステージ40に対する角度（反射角）を調節可能であると共に、受光部50を反射X線アーム60の回転の半径方向に移動することにより、ステージ40と受光部50との距離を連続的に調節可能である。このような構成の下、X線照射部20からステージ40に設置された試料にX線を照射し、その反射X線を受光部50によって測定することが可能である。即ち、受光部50によってBragg反射光を検出可能である。

【0034】また、受光部50は、検出器51を備えることから、一定範囲の逆格子空間について、1回の測定処理によってBragg反射光の検出が可能である。さらに、入射X線アーム30と反射X線アーム60とは、独立にステージ40に対する角度位置を調整可能であるため、任意の逆格子空間におけるBragg反射光の検出が可能である。次に、XRD1を用いて逆格子空間マップを作成する際の測定方法について説明する。

【0035】図3は、XRD1を用いて試料を評価する原理を示す概念図である。図3において、X線照射部2

10

20

30

40

50

0によって照射された入射X線が、ステージ40に平行に設置された試料面に対し入射角 ω で試料に入射する。このとき、入射X線と試料の特定の結晶面とが、Braggの反射条件を満たす場合、Bragg反射が起きる。そして、受光部50の試料に対する角度位置が、特定の結晶面において、Braggの反射条件を満たす反射光の到達する角度位置である場合、受光部50がBragg反射光を検出する。ここで、受光部50は、複数の受光素子を備える検出器51によって反射X線を検出する。

【0036】したがって、入射X線の波数ベクトル（以下、「入射ベクトル」と言う。） k_i と反射X線の波数ベクトル（以下、「反射ベクトル」と言う。） k_f との挟み角（ $2\pi - 2\theta$ ）と、入射X線の試料に対する入射角 ω を種々変化させて、Bragg反射光が測定される受光部50の角度位置を調べることで、試料の結晶構造が評価でき、この際、検出器51の各受光素子が位置する空間について同時に測定が可能である。

【0037】ここで、図3においては、実空間における結晶構造評価の概念を示したが、逆格子空間において結晶構造を評価することを考える。図4は、逆格子空間における入射ベクトル k_i と、反射ベクトル k_f とを示す図である。図4において、反射ベクトル k_f の先端には、検出器51の複数の受光素子が同時に反射X線を検出可能な範囲（以下、「同時検出幅」と言う。）が示されている。

【0038】図4において、試料として理想的な単結晶材料を評価する場合、逆格子点は点状となる。しかしながら、実際には、結晶構造のばらつきによって、各逆格子点は、一定の拡がりを持している。以下、この一定の拡がりを含めた逆格子点の分布（逆格子空間マップ）を得るためにXRD1を動作させる方法を説明する。図3に示すように、反射X線の検出位置は、試料（ステージ40）に対するX線の入射角 ω と、入射ベクトル k_i と反射ベクトル k_f との挟み角（ $2\pi - 2\theta$ ）とをパラメータとして特定される。

【0039】そこで、逆格子空間において、逆格子点近傍の反射X線分布を適切に測定すべくXRD1を動作させる。まず、逆格子空間マップを高速に作成する方法

（第1の方法）のための動作について説明する。逆格子空間マップを高速に作成するためには、検出器51の同時検出幅を有効に利用することを考え、同時検出幅方向に対し、より垂直な方向に検出器51を移動させる。

【0040】即ち、逆格子空間において、入射ベクトル k_i と反射ベクトル k_f との挟み角を固定し、入射角 ω を $\delta\omega$ の範囲にわたって逆格子点付近を走査する（図5参照）。これは、実空間において、XRD1のステージ40を固定した状態で、入射X線アーム30と反射X線アーム60との相対的な角度位置を固定しつつ、入射X線アーム30のステージ40に対する角度位置を変化させる動作に該当する。

【0041】この方法によって、一定範囲の逆格子空間マップを検出器51が有する分解能（複数の受光素子の配列に基づく分解能）で高速に作成することが可能となる。次に、逆格子空間マップを精密に作製する方法（第2の方法）のための動作について説明する。逆格子空間マップの作成において、特に、微少な配向分布や格子歪みを含む薄膜結晶材料を評価する場合、逆格子点近傍をより詳細に測定することが望まれる。一方、検出器51の受光素子の配列によって、1回の走査における分解能は決定される。

【0042】したがって、逆格子空間において、任意の入射角 ω を基準に逆格子点近傍を走査した後、入射ベクトル k_i と反射ベクトル k_f の挟み角を微小量 $\delta\theta$ （例えば、複数の受光素子の間隔未満）変化させ、再度、入射角 ω を基準に、その逆格子点近傍を走査する（図6参照）。これは、実空間において、XRD1のステージ40を固定した状態で、入射X線アーム30と反射X線アーム60との相対的な角度位置を固定しつつ、入射X線アーム30のステージ40に対する角度位置を特定位置から所定量変化させ、続いて、入射X線アーム30と反射X線アーム60との相対的な角度位置を微小量変化させて、再度、入射X線アーム30のステージ40に対する角度位置をその特定位置から所定量変化させる動作に該当する。

【0043】この方法によって、検出器51の受光素子の間隔を補完し、より高分解能な走査、即ち、より精密な逆格子空間マップの作成が可能となる。また、逆格子点の測定における分解能を調整可能とするための、受光部50とステージ40との距離を変化させる方法（第3の方法）の動作について説明する。逆格子空間において、同時検出幅には、検出器51に備えられた複数の受光素子が所定パターンで離散的に配列されている。即ち、同時検出幅における反射X線が検出される点の数は検出器51の構成によって決定され、それにより走査における分解能が決定される。

【0044】そこで、逆格子空間において、同時検出幅を変化させることにより、相対的に検出器51の分解能を変化させることとする。逆格子空間において、同時検出幅を縮小する動作は、実空間において、検出器51を試料（ステージ40）から遠ざける動作に該当し、逆格子空間において、同時検出幅を拡大する動作は、実空間において、検出器51を試料に近づける動作に該当する。具体的には、XRD1において、同時検出幅を縮小する場合、反射X線アーム60に設置された受光部50と試料（ステージ40）との距離を遠ざける動作に該当し、同時検出幅を拡大する場合、反射X線アーム60に設置された受光部50と試料との距離を近づける動作に該当する。

【0045】この方法によって、同一の検出器51を用いて、所望の分解能による走査を実現できる。なお、所

望の分解能を得るには、反射X線アーム60の長さが連続的に変化して、受光部50と試料（ステージ40）との距離が任意に調整される必要がある。また、受光素子の密度を高めることで、測定データのS/N（Signal/Noise）比を向上させることができる。また、第3の方法と同様に、逆格子点の測定における分解能を調整するための方法として、検出器51の受光軸に対する角度を調整する方法（第4の方法）が可能であり、この方法を行うための動作について説明する。

【0046】実空間において、XRD1の検出器51の受光軸に対する設置角度を任意の角度に変化させることは、逆格子空間において、反射ベクトル k_f 先端に位置する同時検出幅を変化させることに該当し、これは第3の方法と同等の効果をもたらす。従って、この方法によって、走査における分解能を容易に調整することができる。

【0047】次に、XRD1を使用して結晶の面内配向性を評価するための方法について説明する。また、本実施の形態におけるXRD1を用いることで、In-Plane測定を高速に行うことも可能である。In-Plane測定とは、以下のような結晶性評価方法である。図7に示すように、試料に対し、全反射が起こる臨界角近傍の入射角（例えば、 1° 未満）でX線を照射することにより、試料表面と平行な成分のX線が発生する。そして、そのX線成分について試料表面に対し垂直な結晶面においてBragg反射が起こり、その反射X線が試料表面から微小角度の反射角で検出される。これにより、厚さ方向に結晶面が多くは連続しない極薄膜結晶材料等、通常のX線回折では結晶性評価が困難である試料において、試料の面積方向の広がりを利用して（面積方向を厚さとみなして）、結晶性評価を行うことが可能となる。

【0048】本発明に係るXRD1を利用したIn-Plane測定においては、第1～第4の方法と同様に逆格子空間マップを作成することができる。ただし、試料に対し、微小な入射角 ω （例えば、 $\omega \ll 1^\circ$ ）でX線を照射するため、ステージ40のあおり角および設置面内方向における回転角を調整する制御を行う必要がある。具体的には、図7において、入射X線アーム30のステージ40に対する角度位置、ステージ40の高さおよびあおり角を調整することにより、X線の入射角 δ を所定の微小角度とする。

【0049】そして、反射X線アーム60の角度位置（ $2\pi - 2\theta$ ）およびステージ40の設置面内方向の回転角度 ϕ を変化させつつ反射X線を測定する。これは、第1～第4の方法において、X線の試料に対する入射角 ω と、入射X線アーム30と反射X線アーム60との相対的な角度位置とを変化させつつ反射X線を測定する動作と同様の動作である。したがって、In-Plane測定においても、第1～第4の方法と同様の動作を行うことにより、上述の効果を奏するものである。

【0050】このように、In-Plane測定を行うことにより、試料が有する基板面に対する回転方向のばらつき（面内配向性）を評価できる。また、図8に示すように、測定した面内配向性を回転角度 ϕ と、入射ベクトル k_i と反射ベクトル k_f とのなす角 2θ とをパラメータとして $\phi - 2\theta$ 平面に表すことにより、試料の面内回転分布と基板面に垂直な結晶面の間隔の分布とを分離して評価することが可能となる。

【0051】以上のように、本実施の形態に係るXRD1は、検出器51を備えるため、逆格子空間マップを高速に作成することができる。また、検出器51を受光素子の配列された間隔未満の距離だけ移動させて、複数回走査することにより、走査における分解能を高めることができる。また、検出器51とステージ40との距離を変化させることにより、同時検出幅の分解能を調整することができる。さらに、検出器51の受光軸に対する角度を変化させることによっても、同時検出幅の分解能を調整することができる。

【0052】さらに、XRD1を用いて、In-Plane測定を行うことも可能である。なお、本実施の形態において、X線源として白色光源を用いることにより、検出器51を構成する複数の受光素子のそれぞれは、等しい結晶面間隔でありながら異なる方位をもつ面からのBragg反射光が同時に検出されるので、ロッキングカーブ測定（結晶のBragg反射光が測定される方位付近における反射X線強度の分布特性の測定）を極めて短時間に行うことができる。

【0053】即ち、同時検出幅から決定される方位幅の範囲内であれば、全く走査を要せずにロッキングカーブ測定が可能である。

【0054】

【発明の効果】本発明によれば、所定パターンに配列された複数の受光素子からなる検出器を備えるため、逆格子空間マップを高速に作成することができる。また、検出器を受光素子の配列された間隔未満の距離だけ移動させて、複数回走査することにより、走査における分解能を高めることができる。また、検出器とステージとの距離を変化させることにより、走査における分解能を調整することができる。さらに、検出器の受光軸に対する設置角度を変化させることによっても、走査における分解能を調整することができる。

【0055】さらに、本発明によって、In-Plane測定を行うことも可能である。また、X線源として白色光源を用いることにより、検出器の走査可能な範囲のロッキングカーブ測定（結晶のBragg反射光が測定される方位付近における反射X線強度の分布特性の測定）を極めて短時間に行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本実施の形態に係るXRD1の構成を示す概略図である。

【図2】検出器51の受光素子が配列されるパターンの例を示す図である。

【図3】XRD1を用いて試料を評価する原理を示す概念図である。

【図4】逆格子空間における入射ベクトル k_i と、反射ベクトル k_f とを示す図である。

【図5】入射ベクトル k_i と反射ベクトル k_f との挟み角を固定し、入射角 ω を $\delta\omega$ の範囲にわたって逆格子点付近を走査する測定動作を示す図である。

【図6】入射ベクトル k_i と反射ベクトル k_f の挟み角を微小量 $\delta\theta$ 変化させつつ逆格子点付近を走査する測定動作を示す図である。

【図7】In-Plane測定を示す概念図である。

【図8】結晶材料の面内配向と結晶面間隔の分布を分離して $\phi-2\theta$ 平面に表した図である。

*

*【図9】単位格子の構造の一例である平行6面体 $ABCD-EFGH$ を示す図である。

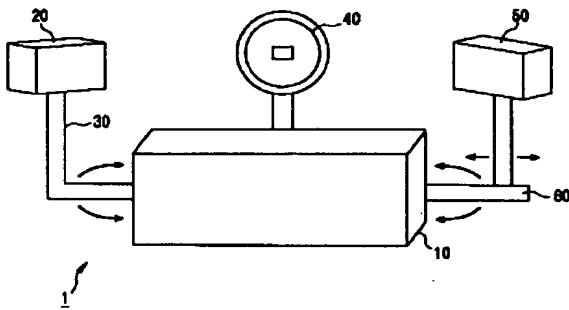
【図10】三角形 OLM を示す図である。

【図11】従来のXRD100の構成を示す概略図である。

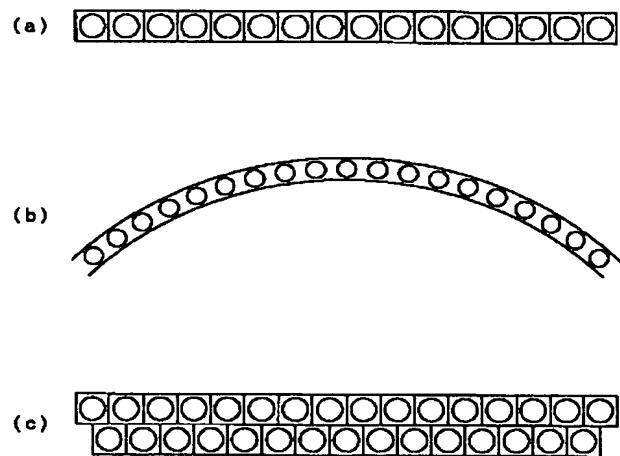
【符号の説明】

- 1, 100 XRD
- 10, 110 本体
- 20, 120 X線照射部
- 30, 130 入射X線アーム
- 40, 140 ステージ
- 50, 150 受光部
- 51 検出器
- 60, 160 反射X線アーム

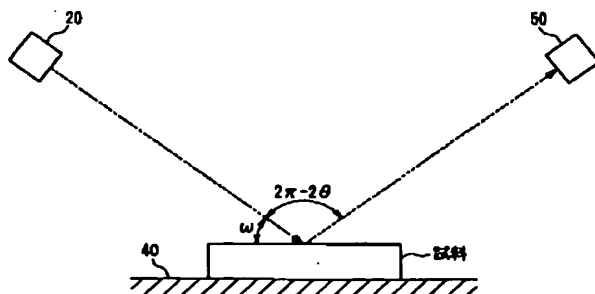
【図1】



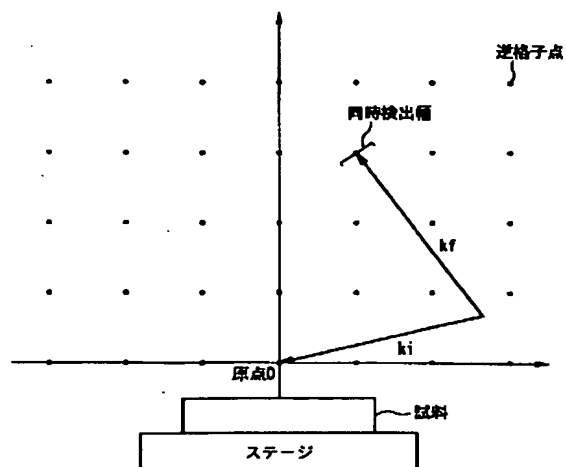
【図2】



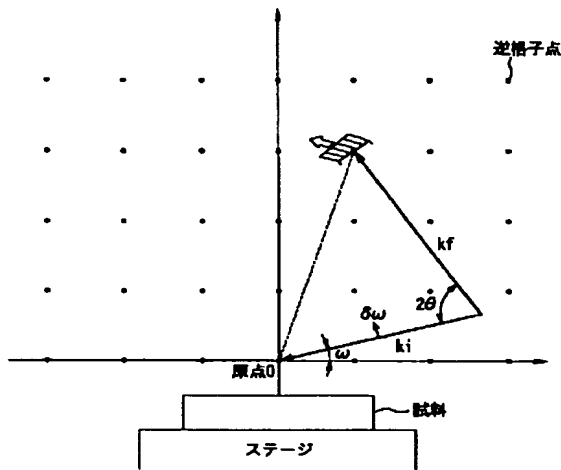
【図3】



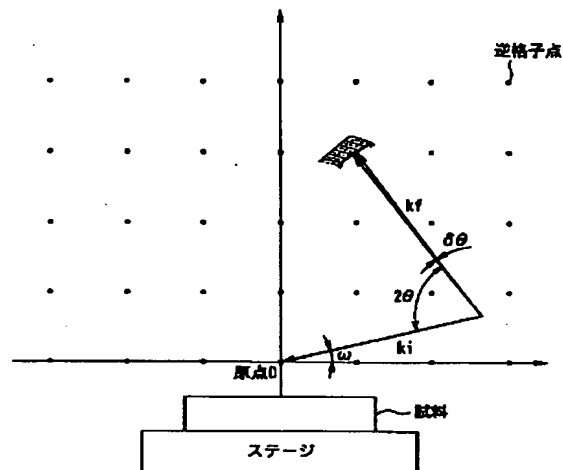
【図4】



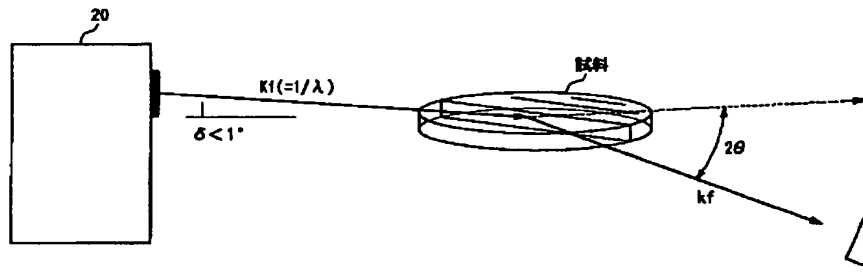
【図5】



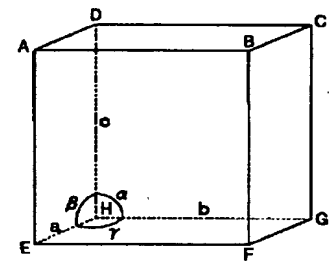
【図6】



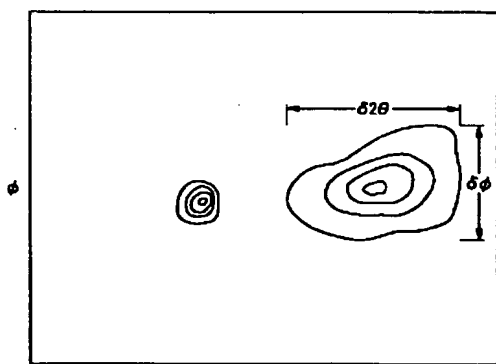
【図7】



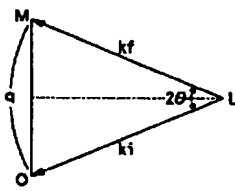
【図9】



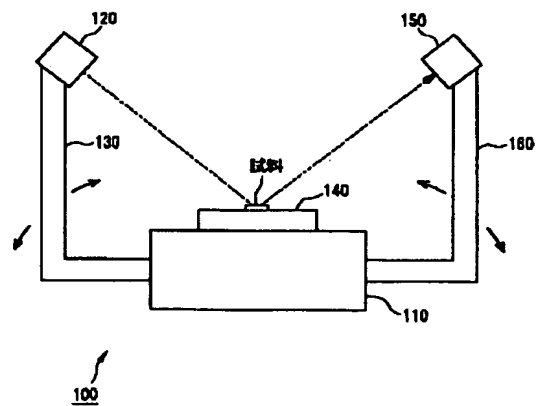
【図8】



【図10】



【図11】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.